

石墨炉原子吸收法测定底质中铜、镉前处理方法

刘晶

(大连市环境监测中心, 辽宁 大连 116023)

中图分类号: O 657.31 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2000)02-0033-01

测定底质样品中的铜、镉, 样品的预处理方法很多, 但大多数方法时间较长, 操作繁琐。今试验用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4\text{-HF}$ 分解法在聚四氟乙烯开放容器中中和用 $\text{HNO}_3\text{-HF}$ 分解法在聚四氟乙烯密闭容器中进行预处理, 考察其对石墨炉原子吸收法测试结果的影响。

1 样品预处理

1.1 开放容器分解法

称取 0.200 0 g 底质标准参考物 NIST Estuarine Sdeiment 1646a(1[#]) 和 NIES 池底质试料(2[#]) 各 3 份于聚四氟乙烯烧杯中, 依次加入硝酸 2.5 mL, 高氯酸 0.5 mL, 盖上表面皿, 在电热板上控制温度加热 2 h, 除去表面皿, 蒸发至近干。然后依次加入氢氟酸 5 mL, 高氯酸 2.5 mL, 在电热板上加热至高氯酸生成白烟 30 min(一旦加热中断, 则追加氢氟酸 5 mL), 直至溶液蒸发至近干。依次加入硝酸 1 mL, 盐酸 1 mL, 加热 1 h, 蒸发至近干。冷却, 加入 0.2 mol/L 硝酸 25 mL, 煮沸溶解残渣, 移至 50 mL 容量瓶加水定容。

1.2 密闭容器分解法

称取 0.200 0 g 底质标准参考物 1[#]、2[#] 各 3 份放入聚四氟乙烯密闭容器中, 依次加入硝酸 8 mL, 氢氟酸 2 mL, 在恒温箱中 120 °C 恒温 2 h, 完全冷却。打开聚四氟乙烯密闭容器盖, 稀释, 再在电热板上加热, 使溶液蒸发至近干。冷却, 加入 0.2 mol/L 硝酸 25 mL, 煮沸溶解残渣, 移至 50 mL 容量瓶加水定容。

2 结果与讨论

2.1 两种分解方法的对比

样品的测定结果见表 1、表 2。由表 1、表 2 可以看出, 使用聚四氟乙烯密闭容器分解效果较好, 标准参考物的回收率在 93% ~ 105% 之间; 而使用

聚四氟乙烯开放容器分解, 则结果偏低, 其原因主要是在消解过程中酸雾的夹带挥发和 3 次蒸发至近干, 造成逸出物的损失所致。

表 1 铜测定结果 mg/kg

| | Estuarine Sediment 1646a | | NIES 池底质试料 | |
|-----------|--------------------------|-------|------------|------|
| | 开放容器 | 密闭容器 | 开放容器 | 密闭容器 |
| \bar{x} | 7.65 | 10.52 | 180 | 214 |
| CV/% | 3.7 | 1.0 | 5.1 | 2.7 |
| 回收率/% | 76 | 105 | 86 | 102 |

表 2 镉测定结果 mg/kg

| | Estuarine Sediment 1646a | | NIES 池底质试料 | |
|-----------|--------------------------|-------|------------|-------|
| | 开放容器 | 密闭容器 | 开放容器 | 密闭容器 |
| \bar{x} | 0.130 | 0.137 | 0.550 | 0.793 |
| CV/% | 7.7 | 7.7 | 2.4 | 2.4 |
| 回收率/% | 88 | 93 | 67 | 97 |

2.2 两种分解方法空白值的对比

测定结果见表 3。由表 3 可以看出, 密闭容器分解法的空白值明显低于开放容器分解法。究其原因, 主要是在开放容器分解法中, 使用了硝酸、高氯酸、氢氟酸、盐酸 4 种酸, 所含成分相对变得复杂, 且容器开放, 易受外界环境的影响, 使空白值偏高。密闭容器分解法, 只使用了硝酸和氢氟酸, 成分相对简单, 且容器密闭, 不易受外界环境的影响, 从而降低了空白值。根据选择样品分解方法的原则, 应尽量选择引入空白值小和玷污少的溶样方法, 因此选用 $\text{HNO}_3\text{-HF}$ 密闭容器法效果较好。

表 3 两种分解方法空白值比较 mg/L

| | 铜 | 镉 |
|-------|-----------------------|-----------------------|
| 开放容器法 | 7.60×10^{-3} | 0.74×10^{-3} |
| 密闭容器法 | 0.62×10^{-3} | 0.10×10^{-3} |

收稿日期: 1999-03-22; 修订日期: 1999-11-07

作者简介: 刘晶(1972-), 女, 辽宁省大连市人, 助理工程师, 学士。